

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Yoshihiro SHIGEMORI, et al.

SERIAL NO: New Application

FILED: Herewith

FOR: PRODUCTION PROCESS OF NON-FLYING PLASTIC MICROBALLOONS

GAU:

EXAMINER:

#2  
3402



REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY

JAPAN

APPLICATION NUMBER

2000-353396

MONTH/DAY/YEAR

November 20, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and  
(B) Application Serial No.(s)
  - ☐ are submitted herewith
  - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland

Registration Number 21,124



22850

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

JC973 U.S. PTO  
09/988145  
11/19/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年11月20日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-353396

出 願 人

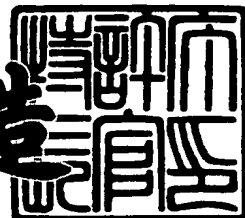
Applicant(s):

大日精化工業株式会社

2001年11月 2日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3096482

【書類名】 特許願

【整理番号】 DN001016

【提出日】 平成12年11月20日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08J 09/16

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号 大日精化工  
業株式会社内

    【氏名】 重森 義浩

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号 大日精化工  
業株式会社内

    【氏名】 斎藤 修

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号 大日精化工  
業株式会社内

    【氏名】 薄井 善裕

【特許出願人】

    【識別番号】 000002820

    【氏名又は名称】 大日精化工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100077698

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 吉田 勝広

【選任した代理人】

    【識別番号】 100098707

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 近藤 利英子

【選任した代理人】

【識別番号】 100107788

【弁理士】

【氏名又は名称】 吉田 広志

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010135

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0012561

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 その発泡開始温度以下に加熱した未発泡の発泡性プラスチックバルーンと、上記の発泡性プラスチックバルーンの発泡開始温度以上に加熱した湿潤剤及び気体との混合物とを接触せしめ、上記の発泡性プラスチックバルーンを発泡させた後に空冷することを特徴とする非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法。

【請求項 2】 上記の発泡性プラスチックバルーンが、発泡剤の低沸点炭化水素を内包する熱可塑性樹脂のマイクロカプセルである請求項 1 に記載の非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法。

【請求項 3】 湿潤剤が請求項 1 に記載の加熱温度より高い沸点を有する有機液体である請求項 1 又は 2 に記載の非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法。

【請求項 4】 湿潤剤を上記の発泡性プラスチックバルーン 1 0 0 重量部に対して 5 0 から 3 0 0 重量部の割合で使用する請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、軽量化を目的とした各種の塗料、建材、プラスチック等の充填剤として用いられる飛散が防止された中空プラスチックバルーンの製造方法に関するものである。更に詳しくは、発泡した中空プラスチックバルーンは軽いために飛散が激しくて取り扱いが困難なことから、普通は非飛散処理を施して使用されているが、種々の問題があり取扱い性は満足できるものではない。本発明は、取り扱い性の良い非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

中空プラスチックバルーンは、通常、ポリ袋やコンテナバックなどの容器に収納されている。これを塗料などの基材に配合するために容器から取り出すと、中空プラスチックバルーンは非常に軽いために空気中に舞い上がったり、又、攪拌混合する際にも基材の表面に浮いてしまい、均一に添加混合するまでに相当の時間を要する極めて取扱い難い材料である。

## 【 0 0 0 3 】

これらの問題を解決するために、例えば、中空プラスチックバルーンに湿潤剤を添加する方法（特開平 4 - 7 1 6 6 4 号公報）や、無機フィラーを中空プラスチックバルーンの表皮殻に付着させる方法などが提案されている。

前者の方法は、可塑剤等の湿潤剤で中空プラスチックバルーンに非飛散性を付与する方法であり、一方、後者の方法は、無機フィラー等を未発泡の発泡性（内部に発泡剤を含んだ）プラスチックバルーンの皮殻層に固定し、その後に発泡させて中空プラスチックバルーンを非飛散化する方法である。この無機フィラーを皮殻層に固定した中空プラスチックバルーンは、破壊強度の低下と本来軽量化を目的にしている材料としての性能を犠牲にしているなどの欠点がある。

## 【 0 0 0 4 】

また、他の方法としては、例えば、特開平 4 - 1 7 8 4 4 2 号公報や特開平 7 - 1 9 6 8 1 3 号公報に記載の方法が提案されている。これらの方法は、いずれも湿潤剤中で未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡させる方法である。前者は、可塑剤に未発泡の発泡性プラスチックバルーンを分散させたスラリーを加熱して未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡させ、必要に応じて可塑剤で冷却した後、過剰な可塑剤を除去して湿潤中空プラスチックバルーンを得る方法である。後者は、未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡開始ぎりぎりの温度まで加熱した上記スラリーと、未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡温度以上に加熱した湿潤剤とを混合して瞬時に発泡させ、空冷して湿潤中空プラスチックバルーンを得る方法である。

## 【 0 0 0 5 】

従来の方法を更に詳しく説明する。

特開平 4 - 1 7 8 4 4 2 号公報に記載された方法は、未発泡の発泡性プラスチ

ックバルーンを湿潤剤中にスラリー状に分散させて発泡に至るまで加熱して発泡させ、その後冷却用の可塑剤を添加し、最終的に過剰な可塑剤を除去して湿潤中空プラスチックバルーンを得る方法である。

問題は、加熱発泡の際、未発泡の発泡性プラスチックバルーン中の最初に発泡したものの熱伝導性が極端に小さくなるために未発泡の発泡性プラスチックバルーンの昇温が妨げられ、未発泡状態の発泡性プラスチックバルーンと過剰発泡した中空プラスチックバルーンとが混在した状態となり、均一な発泡中空プラスチックバルーンが得られ難いことである。また、冷却工程でも除熱効率が悪く、均一に冷却できない等の問題がある。湿潤剤を除去する工程を経て非飛散性の中空プラスチックバルーンが得られるが、これは表面積が大きく、湿潤剤は粘着性があるため、効率良く目的の量まで湿潤剤を取り除くのは非常に困難である。従って、湿潤剤除去後も過剰の湿潤剤が残存するために中空プラスチックバルーンは粘着性が強くて凝集体を形成する等取扱い上問題が多い。

#### 【0006】

一方、特開平7-196813号公報に記載の方法は、未発泡の発泡性プラスチックバルーンを湿潤剤に分散させたスラリーを発泡直前まで予備加熱し、これと、発泡に必要な熱源として発泡温度より高温に加熱した湿潤剤とを接触させて瞬時に発泡を完結させ、直ちに空気冷却して飛散防止された中空プラスチックバルーンを得る方法である。

この方法は前者の欠点である熱伝導阻害の要因がなく、局部的な過加熱が避けられ、しかも湿潤剤の量が少ないため冷却が容易であり、異常発泡と割れによるへたりがなく、中空プラスチックバルーン同士の溶着凝集の発生が改善できる。

しかし、この方法の欠点は、湿潤剤中での予備加熱で発泡性の未発泡プラスチックバルーンを構成する樹脂殻が膨潤することがあるため、湿潤剤と発泡性プラスチックバルーンの殻を構成する樹脂の組合せが制約を受け、しかも樹脂殻の膨潤を避けるため発泡開始より低い温度で予備加熱する必要がある。予備加熱温度を低くするほど、一方の熱源となる湿潤剤の温度を高くするか、あるいは湿潤剤の使用量を多くする必要がある。前者は、湿潤剤の熱による劣化や安全性の点から、後者は湿潤剤の量が多くなり、中空プラスチックバルーンの飛散防止効果に

必要とする以上の余分な湿潤剤を使用することになる。このため中空プラスチックバルーンは粘着性が強くて凝集体を形成し、取り扱い上支障をきたす。

【0007】

通常、市販の未発泡の発泡性プラスチックバルーンを流動性に富んだ湿潤剤の分散スラリーにするために、湿潤剤は、未発泡の発泡性プラスチックバルーンの重量の1.5～3倍量で使用される。この分散スラリーに、未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡させる熱源である加熱湿潤剤をほぼ同重量加えて未発泡の発泡性プラスチックバルーンを発泡させて非飛散化中空プラスチックバルーンを得る。この際の発泡熱源となる湿潤剤の量は、分散スラリーに配合した湿潤剤も同時に加熱しなければならないことから、本来未発泡の発泡性プラスチックバルーンのための発泡に必要な量の何倍もの熱量を加えなければならず、熱源としての湿潤剤は重量比で、未発泡の発泡性プラスチックバルーンに対して少なくとも3倍以上であり、通常は5倍程度である。従って、この量は中空プラスチックバルーンの飛散を防止するに必要とする以上の余分な湿潤剤を使用することになり、中空プラスチックバルーンは粘着性が強くなり、取り扱い上支障をきたす。さらに、過剰な湿潤剤の使用は冷却工程でも不都合を生じる。発泡後、中空プラスチックバルーンの殻を構成する樹脂が軟化状態であるため殻同士の溶着凝集が進んで大きな集合体となる。この集合体を塗料等に配合した場合、集合体は表面に浮き上がる等の不具合を招くので、使用に際しては予め集合体を除去する必要がある。例えば、篩で除去しようとしても粘着性があるため篩効率が悪く、かかる除去を工業的に行うのは難しいと言った問題がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記のような製法上の問題と、湿潤剤で飛散防止された中空プラスチックバルーンの粘着性が強過ぎることから起きる自動計量・包装作業性の困難さの他に、使用時の取扱い性、例えば、仕込み作業、使用装置への付着、計量装置でのトラブル、使用装置や製造環境の汚染等の問題を解決した非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法を提供することである。

本発明者は、上記目的を達成するために鋭意研究し、未発泡の発泡性プラスチ



ックバルーンのみを予備加熱し、該プラスチックバルーンの発砲熱源として加熱した湿潤剤と空気との混合物を使用することで目的が達成されることを見いだし、本発明に達した。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記の目的は以下の本発明によって達成される。即ち、本発明は、その発泡開始温度以下に加熱した未発泡の発泡性プラスチックバルーンと、上記の発泡性プラスチックバルーンの発泡開始温度以上に加熱した湿潤剤及び気体との混合物とを接触せしめ、上記の発泡性プラスチックバルーンを発泡させた後に空冷することを特徴とする非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法である。

【0010】

中空プラスチックバルーンの飛散を防止する湿潤剤の作用は、湿潤剤に粘着性があるため中空プラスチックバルーン同士が凝集して集合体を形成するためである。非飛散性を付与するに必要な湿潤剤の量は、発泡倍率の高い中空プラスチックバルーンでは表面積が大きくて軽く、発泡倍率の低い中空プラスチックバルーンでは、表面積が小さくて重いから、湿潤剤の使用量は何れも中空プラスチックバルーンに対する重量比で大差はなく、湿潤剤の種類、即ち、粘着力の影響が大きい。例えば、真比重が0.02で平均粒子径が130ミクロン程度の中空プラスチックバルーン100重量部に対して、湿潤剤が、例えば、DINP（可塑剤：フタル酸ジイソノニル）の場合は、湿潤剤は約25～30重量部の割合の使用で十分に非飛散性を付与することができる。一般に湿潤剤の上限は、300重量部以下であることが望ましい。

従って、本発明の方法は、従来の方法に比較して微量の湿潤剤で非飛散性を付与し、取扱い上の問題を解決し、尚且つ、塗料、インキ、シーラント等に添加した際に湿潤剤が多いことが原因の物性上の影響を少なくすることができる。

【0011】

【発明の実施の形態】

以下に本発明をさらに詳細に説明する。

本発明の未発泡の発泡性プラスチックバルーン（以下では発泡性バルーンと称

することがある。)を用いた非飛散性の中空プラスチックバルーン(以下では中空バルーンと称することがある。)の製造方法の特徴の一つは、予め発泡性バルーンだけを、その発泡開始直前の温度まで加熱することである。即ち、湿潤剤を加えずに発泡性バルーンを予備加熱することから、発泡性バルーンの殻を構成する樹脂(プラスチック)が湿潤剤で膨潤することがなく、発泡性バルーンをその発泡開始温度の直前まで昇温(加熱)できることである。予備加熱が発泡開始温度に近いほど、発泡の熱源でもある湿潤剤の使用量が少なくて済み、その結果、本発明の目的である取扱い性が良い非飛散化中空プラスチックバルーンの製造が可能となった。

## 【 0 0 1 2 】

本発明においては、予備加熱された発泡性バルーンと、その発泡の熱源としての予備加熱された湿潤剤と気体との混合物とを瞬時に接触させることが重要である。そのために、上記温度に予備加熱された発泡性バルーンと上記温度に予備加熱された湿潤剤と気体との混合物を混合機に供給し、高速攪拌して瞬時に接触させることが必要である。この際、均一混合は発泡開始より早い時点で完了させることが特に重要である。発泡開始後は、望ましくは10秒から30秒程度の熟成時間を経た後に空気を供給して解砕しながら中空バルーン粒子間に空隙をつくり、空気で冷却することで目的の非飛散化中空バルーンを得ることができる。予備加熱された湿潤剤と混合される気体も予備加熱しておくことが好ましいが、例えば、気体の量が少なく、気体を発泡開始温度以上の温度に加熱された湿潤剤と混合したときに、湿潤剤がこの温度を維持する限りは、必ずしも加熱する必要はない。

## 【 0 0 1 3 】

湿潤剤と気体の併用は混合機の攪拌効果を高め、粉末状の発泡性バルーン粒子が、湿潤剤と接触してダマになったり、混合機の羽根や壁に付着して滞留することを避けるため重要である。特に、粘着性のある湿潤剤を使用する際には気体の供給は均一な発泡体(中空バルーン)を得る上で更に重要となる。

従って、発泡の熱源として予備加熱された湿潤剤と気体の混合物を使用することが、本発明の二つ目の特徴である。

## 【 0 0 1 4 】

発泡性バルーンと気体の混合比（容量）は、目的とする非飛散化中空プラスチックバルーンの粒子径と湿潤剤の添加量と混合機の構造により決まるので一概に規定することは難しく、適正量は実際の製造ラインで決めることが望ましい。例えば、未発泡の発泡性バルーン（50倍（容積）に発泡させることができるもの）の見掛け容積100に対して気体は10から200程度の割合が良好な結果が得られるので好ましい。気体を混合機に添加する小口径ノズルは、湿潤剤用の液ノズルと分離して1箇所または2箇所以上に分割して設けても良く、或いは湿潤剤供給ノズルの先端部付近に設けても良い。又、加熱気体を熱源とすることで湿潤剤の量をさらに少なくすることも可能である。安全性の面で窒素ガス等の不活性気体を用いるのは有効である。

## 【 0 0 1 5 】

次に本発明で使用する材料について説明する。

本発明で飛散防止処理された中空プラスチックバルーン（中空バルーン）の製造に使用される未発泡の発泡性プラスチックバルーン（発泡性バルーン）は、発泡剤として低沸点炭化水素（例えば、ブタン、ペンタン、ヘキサン等）を内包する熱可塑性樹脂（例えば、塩化ビニリデン、メタクリロニトリル、アクリレート、メタクリレート、スチレン等の単独重合体又は共重合体等）を殻とするマイクロカプセルであり、中空バルーンの製造に現在広く使用されている公知の材料である。例えば、松本マイクロスフェア（松本油脂製薬社製）やマーセライト（ミヨシ油脂社製）等の商品名で市販されており、容易に入手することができ、本発明ではそのまま使用することができる。これらの市販のマイクロカプセルは、通常その直径が約1～50 $\mu$ mであり、これを発泡させた中空バルーンは、直径が約20～300 $\mu$ m程度のほぼ真球に近い球体である。発泡温度は、内包する低沸点炭化水素と熱可塑性樹脂の種類によって異なるが、一般的に約100～170℃で発泡するマイクロカプセルが多く使われている。

## 【 0 0 1 6 】

本発明で使用される湿潤剤は、有機液状化合物であり、中空プラスチックバルーンが塗料、シーラント、建材、プラスチック等に用いられるときは、それらに

配合される可塑剤、例えば、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DOP)、フタル酸ジイソデシル (DIDP)、フタル酸ジイソノニル (DINP)、フタル酸ジトリデシル (DTDP)、ブチルフタリルブチルグリコレート (BPBG) 等のフタル酸エステル系可塑剤；アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル (DOA)、アジピン酸ジイソデシル (DIDA)、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル (DOS) 等の脂肪族二塩基酸エステル系可塑剤；エポキシ化大豆油 (ESBO) 等のエポキシ系可塑剤；トリクレジルフォスフェート等のリン酸エステル系可塑剤；エステル系可塑剤や脂肪酸エステル系可塑剤等が挙げられる。又、最近の環境問題より用いられるようになったクエン酸アセチルトリブチル (ATBC)、クエン酸トリエチル (TEC) 等のクエン酸エステル系可塑剤、アルキルスルホン酸フェニルエステル、植物油等の有機液状化合物等も同様に使用することができる。

## 【0017】

可塑剤以外にも、軽量発泡成形品や接着剤、水性塗料等の水性化製品、その他の中空プラスチックバルーンの使用目的に応じて、例えば、流動パラフィン、シリコンオイル、油脂類、エチレングリコール等の水溶性多価アルコール及びその誘導体、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ソルビタンモノステアレート、アルキルベンゼンスルホン酸塩等の界面活性剤等が挙げられる。更に、水溶性湿潤剤として、例えば、ポリエチレングリコール類等が挙げられる。

## 【0018】

更に、上記の湿潤剤とともに、必要に応じて当分野で使用される添加剤、例えば、有機・無機充填剤、安定剤、帯電防止剤、難燃剤、着色剤等を適宜使用することができる。特に、本発明においては、湿潤剤として粘着性の異なる2種類以上を併用し、これらに溶解する界面活性剤、分散剤、溶剤や樹脂等の有機物を配合して使用すること、並びに発泡の熱源である加熱湿潤剤に無機充填材を添加して熱容量を高めて使用することは有効である。

## 【0019】

以下に本発明の製造方法を、図1に示す製造装置の一例に基づいて説明する。

製造装置Iは、加熱ジャケットを有し、未発泡の発泡性プラスチックバルーン

を加熱及び攪拌する攪拌機付供給ホッパー 1 ; 加熱ジャケットを有し、任意の温度に昇温できる未発泡の発泡性プラスチックバルーンの定量供給機 2 ; 湿潤剤供給ノズル 3 - 1 と気体供給ノズル 3 - 2 を設置したスプレー 3 ; それぞれ任意の温度に設定した上記のバルーンと湿潤剤を攪拌羽根の回転制御により混合する混合攪拌羽根付き混合槽兼発泡槽 4 ; 発泡して形成された中空プラスチックバルーンを混合槽兼発泡槽 4 の上方部 5 に設けた搬送冷却筒 7 に送る螺旋状の回転式装置を備えた攪拌搬送機 6 及びこれらに設けた冷却空気供給ノズル 8 ; 製品の非飛散化中空プラスチックバルーンの貯蔵槽 9 ; 攪拌機を有し、湿潤剤を予備加熱できる構造とした湿潤剤槽 1 0 ; 湿潤剤をスプレー 3 に定量供給する定量ポンプ 1 1 ; 湿潤剤槽 1 0 からの湿潤剤をさらに昇温して任意の温度に加熱する熱交換器 1 2 - 1 ; 熱交換器 1 2 - 2 で加熱した気体をスプレー 3 に供給するコンプレッサー 1 4 ; 冷却空気供給ノズル 8 に気体を送るコンプレッサー 1 3 から構成される。スプレー 3 から混合槽兼発泡槽 4 に供給される、それぞれ予備加熱された湿潤剤と気体の割合は、定量ポンプ 1 1 とコンプレッサー 1 4 により任意の比率に調整することができる。

## 【 0 0 2 0 】

スプレー 3 は混合槽兼発泡槽 4 に設けられた湿潤剤供給ノズル 3 - 1 と気体供給ノズル 3 - 2 から構成され、気体供給ノズルは、湿潤剤供給ノズルと分離して 1 箇所または 2 箇所以上に分割して設けても良く、又、湿潤剤供給ノズルの先端部付近に設けても良い。

## 【 0 0 2 1 】

混合槽兼発泡槽 4 には、定量供給機 2 より供給された予備加熱された未発泡の発泡性プラスチックバルーンとスプレー 3 から供給された、予備加熱された湿潤剤と気体とを瞬時に均一に混合して該プラスチックバルーンを発泡させ、形成された中空プラスチックバルーンを混合槽兼発泡槽 4 の上方部へ吹き上げることができる攪拌羽根（翼）を有する高速攪拌機が設けられている。

## 【 0 0 2 2 】

混合槽兼発泡槽 4 で形成された非飛散化中空プラスチックバルーンは、該槽の上方部に設けた螺旋状の回転式装置を備えた攪拌搬送機 6 まで吹き上げられ、搬

送されて搬送冷却筒 7 に送られる。攪拌搬送機 6 及び搬送冷却筒 7 の周壁に設けた冷却空気供給ノズルからの空気では非飛散化中空プラスチックバルーンは冷却され、貯蔵槽 9 に貯えられ、袋詰め等により出荷される。

#### 【 0 0 2 3 】

尚、図 1 に示す装置は、基本的構造を示すもので、加熱方法、混合方法、搬送方法、冷却方法は、例示方法に限定されるものではなく、他の方法に置き換えても良い。例えば、湿潤剤の供給は、例えば、ポンプで小口径のノズルより供給する方法、エアレスガンのパルスによって噴霧する方法やパルス計量機で送る方法は有効であり、特に粘度の高い湿潤剤に有効である。通常の噴霧スプレーは、気体量が多いため混合が不充分になり、特に高粘度の湿潤剤での混合が不均一になり良好な結果が得られない。

#### 【 0 0 2 4 】

##### 【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。各実施例は図 1 に示す装置を用いた。

尚、未発泡の発泡性プラスチックバルーンの発泡開始温度は、顕微鏡に加熱装置（リンカム社製）を取り付け、昇温速度 2 0 ℃ / 分で加熱しながら上記発泡性バルーンの発泡状態を観察し、視野内の上記発泡性バルーン粒子の 1 0 % が発泡した温度とした。

#### 【 0 0 2 5 】

##### 実施例 1

未発泡の発泡性プラスチックバルーン（ミヨシ油脂社製マーセライト H 7 5 0 D : 発泡開始温度 1 5 5 ℃）を、これが 1 3 0 ℃ に加熱されるように温度設定した供給ホッパー 1 を経て定量供給機 2 により 5 0 k g / h r のレートで混合槽兼発泡槽 4 に供給する。一方、1 0 0 ℃ に予熱した湿潤剤の D I N P を定量ポンプ 1 1 で熱交換器 1 2 - 1 で 1 8 0 ℃ に加熱して 5 0 k g / h r のレートでノズル 3 - 1 から混合槽兼発泡槽 4 に供給する。コンプレッサー 1 4 で熱交換器 1 2 - 2 を経て 1 8 0 ℃ に加熱された空気を 5 0 リットル / h r のレートでノズル 3 - 2 から混合槽兼発泡槽 4 に供給する。

## 【 0 0 2 6 】

加熱された未発泡の発泡性プラスチックバルーンと加熱湿潤剤と加熱空気は、混合槽兼発泡槽 4 に設けた回転速度を 3 0 0 0 r p m に設定した攪拌羽根を有する高速攪拌機で攪拌されながら接触して上記の発泡性プラスチックバルーンは発泡し、混合槽兼発泡槽 4 の上部 5 に吹き上げられて攪拌搬送機（搬送フィーダー）6 の螺旋装置で冷却筒 7 に移送され、移送中に冷却空気です約 6 0 ° C に冷却され、貯蔵槽 6 の取出し口から製品の非飛散化中空プラスチックバルーンが 1 0 0 k g / h r のレートで取り出される。

## 【 0 0 2 7 】

このようにして得られた中空プラスチックバルーンは、湿潤剤で表面が均一に湿潤されており、中空プラスチックバルーン粒子は相互に適度な粘着性を有し、飛散性はなく、取り扱い性は良好であった。中空プラスチックバルーン粒子の溶融凝集粒子を判定するためサンプル 1 0 g を採取して評価したところ、最大凝集粒子径は、約 3 0 0  $\mu$  m で、中空プラスチックバルーン粒子同士が溶着した凝集状態は、弱いせん断力で凝集が崩れる程度であり、塗料等に添加して攪拌することで容易に凝集が崩壊して均一に分散させることができた。また 6 0 メッシュ篩残量が極めて少量の痕跡程度 0 . 0 0 1 2 g （重量 % = 0 . 0 0 0 0 ）であった。

得られた中空プラスチックバルーンの物性（真比重、嵩密度及び分散性）、性状（篩残分、凝集粒子の崩壊性及び色）及び取扱性（非飛散性及び粘着付着性）を評価した。結果を表 1 に示す。尚、評価方法は下記の通りである。

## 【 0 0 2 8 】

## 〔分散性〕

塩化ビニル樹脂塗料 1 0 0 部と、試料を 0 . 5 部（発泡体純分として）を混合し、表面平滑な基材に膜厚 1 m m で塗布及び乾燥、次いで、1 4 0 ° C で 2 0 分で焼き付けを行い、標準品（特開平 7 - 1 9 6 8 1 3 号公報に記載の方法で作製した試料）と比較し、同等以上を○、劣るものを×で表示した。

## 〔凝集粒子の状態及びその崩壊性〕

試料 0 . 5 g （発泡体純分）を採取し、酢酸エチル 2 0 0 g を計量し、これらをディゾルバーで 3 0 0 r p m で 1 分攪拌混合し、目開き 2 5 0  $\mu$  m の篩いで 3

回篩い、凝集体を含まぬものを○、含むものを×で示す。

【 0 0 2 9 】

〔非飛散性〕

試料 0. 5 g (発泡体純分として) を採取し、無風状態で、高さ 3 0 c m から落下させる。5 秒後に飛散していないものを○、飛散しているものを×で示す。

〔粘着付着性〕

試料 0. 5 g (発泡体純分として) を P E 製ポリ袋に計量し、1 分間振り混ぜる。試料排出後、付着している粒子の数を前記の標準品と比べ、標準品より少ないものを◎、同等のものを○、多いものを×で示す。

【 0 0 3 0 】

実施例 2

湿潤剤の送り量を 2 5 k g / h r に、熱交換器 1 2 - 1 での加熱温度を 2 3 0 °C に、又、空気を窒素に、熱交換機 1 2 - 2 での加熱を 2 5 0 °C にそれぞれ変更する以外は実施例 1 と同様にして湿潤中空プラスチックバルーンを得、評価した。評価結果を表 1 に示す

【 0 0 3 1 】

実施例 3

湿潤剤の送り量を 1 5 0 k g / h r に、熱交換器 1 2 - 1 での加熱温度を 1 7 0 °C に、又、室温の空気を用い、送り量を 1 0 リットル / h r に変更する以外は実施例 1 と同様にして湿潤中空プラスチックバルーンを得、評価した。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 2 】

実施例 4

湿潤剤の送り量を 2 5 0 k g / h r に、熱交換器 1 2 - 1 での加熱温度を 1 6 5 °C に変更する以外は実施例 2 と同様にして湿潤中空プラスチックバルーンを得、評価した。得られたバルーンは、過剰な可塑剤があるため粘着性が強く、取扱い難く、自動計量機の計量層槽の壁等に付着して毎回の計量精度が振れて安定でなかった。評価結果を 1 に示す。

【 0 0 3 3 】



## 実施例 5

湿潤剤に、その 1 0 0 重量部に対して炭酸カルシウムを 1 0 0 重量部の割合で分散させてスラリー化した。この混合湿潤剤を 1 8 0℃になるように熱交換機 1 2 - 1 で加熱し、送り量 4 0 k g / h r に変更する以外は実施例 1 と同じ条件で、充填剤入り湿潤中空プラスチックバルーンを得た。このものは中空プラスチックバルーン 1 0 0 重量部に対し、湿潤剤が 2 0 重量部、充填剤が 2 0 重量部の割合の組成であり、粘着性が少なく、取り扱いやすい非飛散性のバルーンであった。評価結果を表 1 示す。

【 0 0 3 4 】

## 実施例 6

マーセライト H 7 5 0 D を M 4 3 0 (ミヨシ油脂製、発泡開始温度 1 3 0℃) に変更し、1 0 0℃に加熱し、又、湿潤剤を熱交換機 1 2 - 1 で 1 6 0℃に加熱、空気を熱交換機 1 2 - 2 で 1 6 0℃に加熱した以外は実施例 1 と同様にして非飛散化处理を施した中空プラスチックバルーンを得、評価した。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 5 】

## 実施例 7

湿潤剤をシリコンオイル (信越化学工業社製 K F - 9 6 : 粘度 1 0 0 0 c s t ) に変更した以外は実施例 1 と同様にして中空プラスチックバルーンを得、評価した。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 6 】

## 実施例 8

空気の送り量を 5 リットル / h r にした以外は実施例 1 と同様にして中空プラスチックバルーンを得た。このものは、未発泡プラスチックバルーンと過発泡して発泡破壊した中空プラスチックバルーンとが混在しており、比重も重く不均一な状態であった。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 7 】

## 実施例 9

加熱空気の送り量を 5 0 0 リットル / h r にした以外は実施例 1 と同様にして

中空プラスチックバルーンを得た。このものは、未発泡プラスチックバルーンと過発泡して発泡破壊した中空プラスチックバルーンが実施例 1 よりも多く混在した不均一な状態であった。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 8 】

比較例 1

加熱空気量を 0 にした以外は実施例 1 と同様にして中空プラスチックバルーンを得た。このものは、未発泡プラスチックバルーンと過発泡して発泡破壊した中空プラスチックバルーンが実施例 1 よりも多く混在した不均一な状態であった。評価結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 9 】

表 1

		物 性			性 状			取扱性	
		真比重 (g/cm <sup>3</sup> )	嵩密度 (g/cm <sup>3</sup> )	分散 性	篩残分 (g/10g)	崩壊 性	色	非飛散 性	粘着付 着性
実 施 例	1	0.039	0.011	○	0.001	○	A	○	○
	2	0.030	0.088	○	0.001	○	A	○	◎
	3	0.075	0.021	○	0.001	○	A	○	○
	4	0.110	0.028	○	0.001	○	A	○	×
	5	0.278	0.076	○	0.001	○	A	○	◎
	6	0.039	0.011	○	0.001	○	A	○	○
	7	0.040	0.012	○	0.001	○	A	○	○
	8	0.060	0.019	×	0.3	×	B	○	○
	9	0.080	0.025	×	0.5	×	B	○	○
比	1	0.075	0.022	×	0.4	×	B	○	○

(注) 比：比較例

A：淡黄色

B：濃淡黄色混在

【 0 0 4 0 】

【発明の効果】

以上の本発明によれば、湿潤剤の量を少なくすることができ、取り扱い生も改善された非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法が提供される。

更に、本発明方法で得られる中空プラスチックバルーンは、湿潤剤が少ないことから用途面で制約を受けないというメリットがある。即ち、非飛散化中空プラスチックバルーンに付着した湿潤剤の組成は、中空プラスチックバルーンを軽量化剤として使用する被添加材料における可塑剤等とは組成的に必ずしも同一でないことが多く、湿潤剤が多量に存在する従来の非飛散化中空プラスチックバルーンでは使用制限を受けるか、又は、それぞれの用途で湿潤剤の種類を替えた設計が必要となり、技術的にも工業的にも問題があることが多く、湿潤剤を少なくできる工業的メリットは大きい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明で使用する装置の一例を示す概略図である。

【符号の説明】

- I : 製造装置
- 1 : 未発泡プラスチックバルーン攪拌機付供給ホッパー
- 2 : 定量供給機
- 3 - 1 : 湿潤剤供給ノズル
- 3 - 2 : 気体供給ノズル
- 4 : 混合槽兼発泡槽
- 5 : 混合槽兼発泡槽 4 の上部
- 6 : 攪拌搬送機
- 7 : 搬送冷却筒冷却空気ノズル
- 8 : 冷却空気供給ノズル
- 9 : 貯蔵槽
- 10 : 湿潤剤槽
- 11 : 定量ポンプ

1 2 - 1 : 湿潤剤用熱交換器

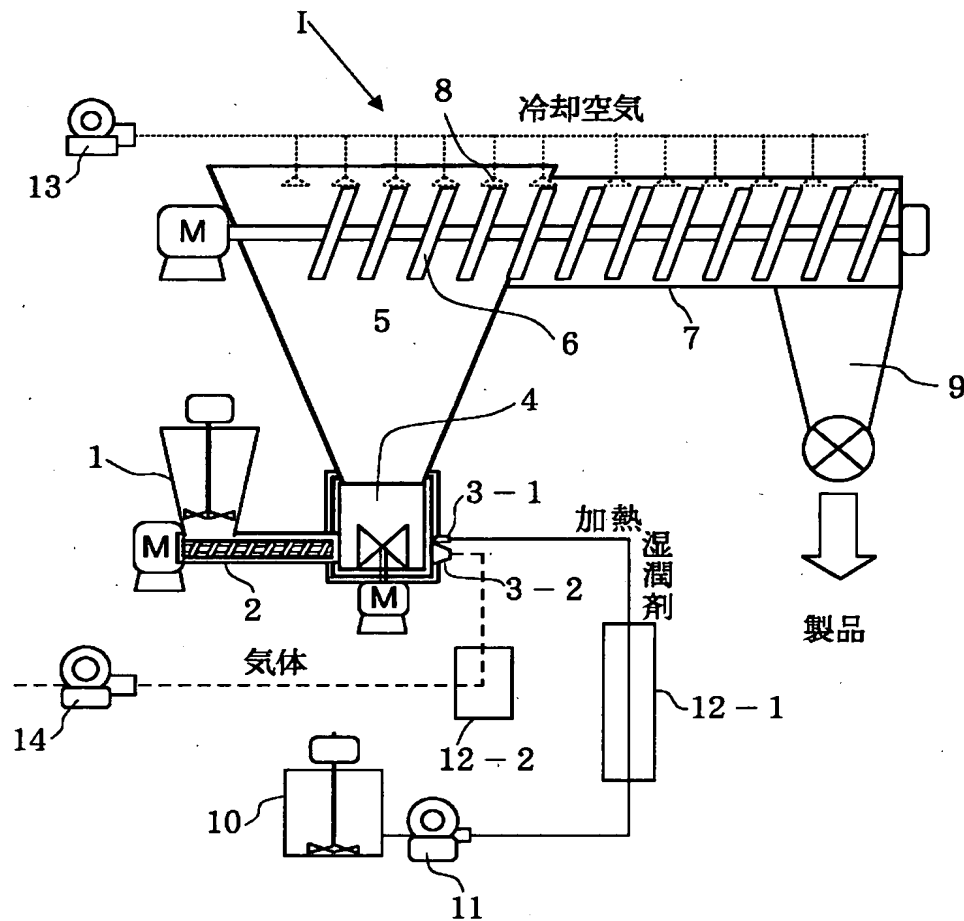
1 2 - 2 : 気体用熱交換機

1 3 : 冷却空気用コンプレッサー

1 4 : 気体供給ポンプ

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来方法の湿潤剤を多量に使用する製法上の問題と、湿潤剤で飛散防止された中空プラスチックバルーンの粘着性が強過ぎることから起きる自動計量・包装作業性の困難さの他に、使用時の取扱い性、例えば、仕込み作業、使用装置への付着、計量装置でのトラブル、使用装置や製造環境の汚染等の問題が解決された非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法を提供すること。

【解決手段】 その発泡開始温度以下に加熱した未発泡の発泡性プラスチックバルーンと、上記の発泡性プラスチックバルーンの発泡開始温度以上に加熱した湿潤剤及び気体との混合物とを接触せしめ、上記の発泡性プラスチックバルーンを発泡させた後に空冷することを特徴とする非飛散化中空プラスチックバルーンの製造方法。

【選択図】 図1

特 2000-353396

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号 [000002820]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号

氏 名 大日精化工業株式会社